

This Page Is Inserted by IFW Operations  
and is not a part of the Official Record

## **BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

**As rescanning documents *will not* correct images,  
please do not report the images to the  
Image Problems Mailbox.**

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 11-102615

(43)Date of publication of application : 13.04.1999

(51)Int.Cl.

H01B 1/22  
H01G 4/12  
H01G 4/12

(21)Application number : 10-212148

(71)Applicant : MATSUSHITA ELECTRIC IND CO LTD

(22)Date of filing : 28.07.1998

(72)Inventor : NAKAO KEIICHI

(30)Priority

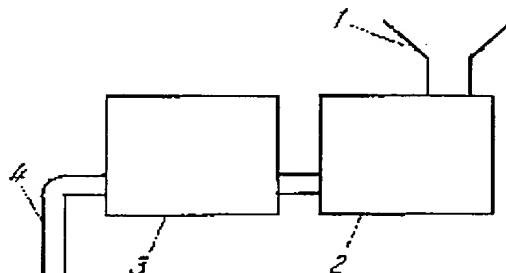
Priority number : 09201257 Priority date : 28.07.1997 Priority country : JP

### (54) MANUFACTURE OF ELECTRODE INK AND MANUFACTURE OF CERAMIC ELECTRONIC PART USING IT

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To thin and uniformize an internal electrode, reduce a cost, and realize high performance by baking it at a specific temperature by adjusting it to the prescribed composition and prescribed viscosity after dispersing ink composed of metallic powder which is added in an organic solvent or the water and has the average particle size not more than a specific value, under high pressure not less than specific pressure.

SOLUTION: When electrode ink is inputted from its input port 1 by using a high pressure disperser, a pressure part 2 puts the inputted electrode ink in a high pressure condition of pressure not less than 10 kg/cm<sup>2</sup> by using a hydraulic pump. In this case, metallic powder having the average particle size of 0.001 to 3 μm is dispersed in an organic solvent or the water as the electrode ink, and a material by adding a dispersant and precipitation preventive agent is used when necessary. Next, in a mixing dispersing part 3, the electrode ink of a high pressure condition is dispersed by spraying it by a special jig. After being dispersed under high pressure, it is adjusted to the prescribed composition and prescribed viscosity, and is baked at a temperature of 300° C to 1500° C.



### LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平 11-102615

(43) 公開日 平成11年(1999)4月13日

(51) Int. Cl. <sup>6</sup>	識別記号	F I
H 0 1 B 1/22		H 0 1 B 1/22 A
H 0 1 G 4/12	3 6 1	H 0 1 G 4/12 3 6 1
	3 6 4	3 6 4

審査請求 未請求 請求項の数 1 1

O L

(全 7 頁)

(21) 出願番号 特願平10-212148

(22) 出願日 平成10年(1998)7月28日

(31) 優先権主張番号 特願平9-201257

(32) 優先日 平9(1997)7月28日

(33) 優先権主張国 日本 ( J P )

(71) 出願人 000005821

松下電器産業株式会社

大阪府門真市大字門真1006番地

(72) 発明者 中尾 恵一

大阪府門真市大字門真1006番地 松下電器  
産業株式会社内

(74) 代理人 弁理士 滝本 智之 (外1名)

(54) 【発明の名称】 電極インキの製造方法及びそれを用いたセラミック電子部品の製造方法

(57) 【要約】

【課題】 各種電子機器に用いられるセラミック電子部品において、電極の薄層化、均一化は課題であり、従来の分散方法で作成した電極インキでは、こうした薄層化、均一化に限度があった。

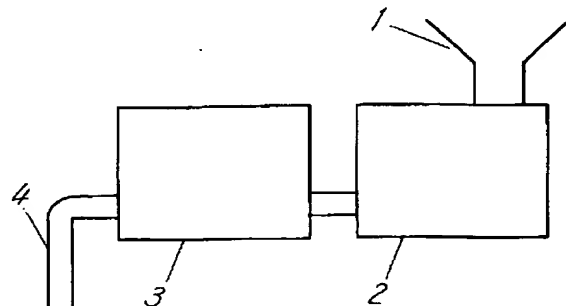
【解決手段】 この課題を解決するために本発明は、混合分散部3にダイヤモンド等の硬質材料を用いた高压分散機を電極インキの分散に用いることにより、従来問題になっていたビーズ等の不純物の混入を防止でき、電極粉末の形状を劣化させることにより均質に高分散化させた電極インキを製造する。またこうした電極インキを用いることで、積層セラミックコンデンサ、角チップ抵抗器を始めとする各種セラミック電子部品の高性能化、低コスト化を実現できる。

1 投入口

2 圧力部

3 混合分散部

4 塗出口



## 【特許請求の範囲】

【請求項 1】 有機溶剤もしくは水中に添加された平均粒径が  $0.001$  以上  $3\mu\text{m}$  以下の金属粉末よりなるインキを、圧力  $10\text{kg}/\text{cm}^2$  以上で高压分散した後、所定組成、所定粘度に調整され、 $300^\circ\text{C}$  以上  $1500^\circ\text{C}$  以下の温度で焼成される電極インキの製造方法。

【請求項 2】 有機溶剤もしくは水と、樹脂もしくは分散剤もしくは可塑剤が添加された平均粒径が  $0.001$  以上  $3\mu\text{m}$  以下の金属粉末よりなる電極インキを、圧力  $10\text{kg}/\text{cm}^2$  以上で高压分散した後、樹脂を添加し

て所定粘度にし、 $300^\circ\text{C}$  以上  $1500^\circ\text{C}$  以下の温度で焼成される電極インキの製造方法。

【請求項 3】 有機溶剤もしくは水と、平均粒径が  $0.001$  以上  $3\mu\text{m}$  以下の金属粉末よりなる電極インキを、圧力  $10\text{kg}/\text{cm}^2$  以上で高压分散した後、所定量の樹脂もしくは可塑剤を添加して電極インキの粘度を  $10$  ポイズ以上  $300$  ポイズ以下に調整するスクリーン印刷用の電極インキの製造方法。

【請求項 4】 有機溶剤もしくは水と、平均粒径が  $0.001$  以上  $3\mu\text{m}$  以下の金属粉末よりなる電極インキを、圧力  $10\text{kg}/\text{cm}^2$  以上で高压分散した後、所定量の樹脂もしくは可塑剤を添加して電極インキの粘度を  $1$  ポイズ以上  $10$  ポイズ以下に調整するグラビア印刷用の電極インキの製造方法。

【請求項 5】 有機溶剤もしくは水と、平均粒径が  $0.001$  以上  $3\mu\text{m}$  以下の金属粉末よりなる電極インキを、圧力  $10\text{kg}/\text{cm}^2$  以上で高压分散した後、所定量の樹脂もしくは可塑剤を添加して電極インキの粘度を  $0.01$  ポイズ以上  $10$  ポイズ以下に調整するインキジェット用の電極インキの製造方法。

【請求項 6】 電極インキを複数の塗出部分からそれぞれ圧力  $10\text{kg}/\text{cm}^2$  以上で互いに電極インキ同士を衝突させて分散させる請求項 1 記載の電極インキの製造方法。

【請求項 7】 電極インキを塗出部分から圧力  $10\text{kg}/\text{cm}^2$  以上でダイヤモンド、セラミック、もしくは超硬金属面に衝突させて分散させる請求項 1 記載の電極インキの製造方法。

【請求項 8】 電極インキを開口径  $300\mu\text{m}$  以下のフィルターで濾過した後、圧力  $10\text{kg}/\text{cm}^2$  以上で高压分散し、さらに開口径  $10\mu\text{m}$  以下のフィルターで濾過した後、所定の粘度、所定の組成に調整する請求項 1 記載の電極インキの製造方法。

【請求項 9】 電極インキを前後に複数の高压分散部を有する高压分散機を用いていずれも圧力  $10\text{kg}/\text{cm}^2$  以上で分散し、かつ前方の高压印加部の圧力に比べ後方の高压印加部の圧力が半分以下に設定された請求項 1 記載の電極インキの製造方法。

【請求項 10】 有機溶剤もしくは水と、平均粒径が  $0.001$  以上  $3\mu\text{m}$  以下の卑金属粉末が添加されてな

る電極液を、圧力  $10\text{kg}/\text{cm}^2$  以上で高压分散した後、所定組成もしくは所定粘度に調整され、インキジェット印刷、グラビア印刷、スクリーン印刷のいずれか一種類の印刷で第 1 のセラミック生シートもしくは樹脂フィルムの上に印刷された後、前記第 1 のセラミック生シートもしくは第 2 のセラミック生シートと共に所望枚数が積層され、切断、焼成された後、外部電極を形成するセラミック電子部品の製造方法。

【請求項 11】 有機溶剤もしくは水と、平均粒径が  $0.001$  以上  $3\mu\text{m}$  以下の金属粉末が添加されてなる電極液を、圧力  $10\text{kg}/\text{cm}^2$  以上で高压分散した後、所定組成もしくは所定粘度に調整され、インキジェット印刷、グラビア印刷、スクリーン印刷のいずれか一種類の印刷でセラミック基板の上に印刷、焼成された後、抵抗体もしくはコンデンサと接続される角チップ抵抗器もしくは抵抗体アレイを形成するセラミック電子部品の製造方法。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、各種電子機器に用いられる積層セラミックコンデンサや積層バリスタ、積層圧電素子等のセラミック電子部品の内部電極等の電極インキの製造方法に関するものであり、特に電極インキの高分散化により、各種セラミック電子部品の特性向上や製品歩留り向上、コストダウンを目的とする電極インキの製造方法及びそれを用いたセラミック電子部品の製造方法に関するものである。

## 【0002】

【従来の技術】積層セラミックコンデンサを始めとする積層セラミック電子部品は、より小型化、高容量化するために、そのセラミック層の薄層化と高積層化が求められている。しかし  $300$  層や  $500$  層と高積層化した場合、内蔵された内部電極の厚みに依存する積層不良が発生しやすい。そのため、従来より内部電極の薄層化が望まれていた。

【0003】しかし内部電極を薄層化すると、内部電極が断線し易く、焼成後  $1\mu\text{m}$  未満の積層セラミックコンデンサを高歩留りで作成することは難しかった。従来よりセラミック粉末の分散方法では、色々な手段が提案されていた。例えば特開平 7-153646 号公報で提案されたように、第一次混合分散にボールミル、第二次混合分散にサンドミル、第三次混合分散に超音波分散手段を用いようとするものが提案されている。

## 【0004】

【発明が解決しようとする課題】しかしこうした従来の分散方法では、ボールミルやサンドミルに用いる治具やビーズ（別名玉石）の材質が不純物として混入してしまうことが問題になった。特に電極インキ中に含まれる電極粉末は金属材料であるため、前記治具やビーズのセラミック材料に比較して柔らかい。そのため、従来のこう

した分散を行うと、元々球状であった電極粉末が、フレーク状（鱗片状）に変形したり、複数の金属粉末同士が物理的に凝集体を作成してしまう等の課題が発生していた。

#### 【0005】

【課題を解決するための手段】この課題を解決するために本発明は、高圧分散機を電極インキの分散に用いることにより、従来問題になっていたビーズ等の不純物の混入を防止でき、金属粉末の変形や凝集を防止しながらより均質に高分散化させられ、より薄層化に対応する電極インキを作成できるものである。またこの電極インキの粘度を、最適化することで、インキジェット印刷、グラビア印刷、スクリーン印刷等、それぞれ必要に応じた印刷工法に対して適用できる電極インキの製造を実用化することができるものである。

#### 【0006】

【発明の実施の形態】本発明の請求項1に記載の発明は、有機溶剤もしくは水中に添加された平均粒径が、0.001以上3 $\mu$ m以下の金属粉末よりなるインキを、圧力10kg/cm<sup>2</sup>以上で高圧分散した後、所定組成、所定粘度に調整され、300℃以上1500℃以下の温度で焼成される電極インキの製造方法であり、圧力10kg/cm<sup>2</sup>以上で高圧分散することによって、従来問題になった電極粉末の変形や凝集化を防止する焼成形の電極インキを製造できるという作用を有する。

【0007】本発明の請求項2に記載の発明は、有機溶剤もしくは水と、樹脂もしくは分散剤もしくは可塑剤が添加された平均粒径が0.001以上3 $\mu$ m以下の金属粉末よりなる電極インキを、圧力10kg/cm<sup>2</sup>以上で高圧分散した後、樹脂を添加して所定粘度にし、300℃以上1500℃以下の温度で焼成される電極インキの製造方法であり、圧力10kg/cm<sup>2</sup>以上で高圧分散することによって、従来問題になった電極粉末の変形や凝集化を防止でき、分散後に樹脂を添加することで容易に目的とする粘度の焼成形の電極インキを製造できるという作用を有する。

【0008】本発明の請求項3に記載の発明は、有機溶剤もしくは水と、平均粒径が0.001以上3 $\mu$ m以下の金属粉末よりなる電極インキを、圧力10kg/cm<sup>2</sup>以上で高圧分散した後、所定量の樹脂もしくは可塑剤を添加して電極インキの粘度を10ポイズ以上300ポイズ以下に調整するスクリーン印刷用の電極インキの製造方法であり、圧力10kg/cm<sup>2</sup>以上で高圧分散することによって、従来問題になった電極粉末の変形や凝集化を防止でき、粘度を10ポイズ以上300ポイズ以下に調整することでスクリーン印刷に適した焼成形の電極インキを製造できるという作用を有する。

【0009】本発明の請求項4に記載の発明は、有機溶剤もしくは水と、平均粒径が0.001以上3 $\mu$ m以下の金属粉末よりなる電極インキを、圧力10kg/cm

2以上で高圧分散した後、所定量の樹脂もしくは可塑剤を添加して電極インキの粘度を1ポイズ以上10ポイズ以下に調整するグラビア印刷用の電極インキの製造方法であり、圧力10kg/cm<sup>2</sup>以上で高圧分散することによって、従来問題になった電極粉末の変形や凝集化を防止でき、粘度を1ポイズ以上10ポイズ以下に調整することでグラビア印刷に適した焼成形の電極インキを製造できるという作用を有する。

【0010】本発明の請求項5に記載の発明は、有機溶剤もしくは水と、平均粒径が0.001以上3 $\mu$ m以下の金属粉末よりなる電極インキを圧力10kg/cm<sup>2</sup>以上で高圧分散した後、所定量の樹脂もしくは可塑剤を添加して電極インキの粘度を0.01ポイズ以上10ポイズ以下に調整するインキジェット用の電極インキの製造方法であり、圧力10kg/cm<sup>2</sup>以上で高圧分散することによって、従来問題になった電極粉末の変形や凝集化を防止でき、粘度を0.01ポイズ以上10ポイズ以下に調整することでインキジェット印刷に適した焼成形の電極インキを製造できるという作用を有する。

【0011】本発明の請求項6に記載の発明は、電極インキを複数の塗出部分からそれぞれ圧力10kg/cm<sup>2</sup>以上で互いに電極インキ同士を衝突させて分散させる請求項1記載の電極インキの製造方法であり、更に電極インキ同士を圧力10kg/cm<sup>2</sup>以上の高圧で衝突させることによって、従来問題になった電極粉末の変形や凝集化を防止できる高分散化した焼成形の電極インキを製造できるという作用を有する。

【0012】本発明の請求項7に記載の発明は、電極インキを塗出部分から圧力10kg/cm<sup>2</sup>以上でダイヤモンド、セラミック、もしくは超硬金属面に衝突させて分散させる請求項1記載の電極インキの製造方法であり、更に電極インキを圧力10kg/cm<sup>2</sup>以上の高圧で硬質面に衝突させることによって、従来問題になったビーズ同士の摩耗に起因する不純物の混入や、電極粉末の変形や凝集化を防止できる高分散化した焼成形の電極インキを製造できるという作用を有する。

【0013】本発明の請求項8に記載の発明は、電極インキを開口径300 $\mu$ m以下のフィルターで濾過した後、圧力10kg/cm<sup>2</sup>以上で高圧分散し、さらに開口径10 $\mu$ m以下のフィルターで濾過した後、所定の粘度、所定の組成に調整する請求項1記載の電極インキの製造方法であり、開口径300 $\mu$ m以下のフィルターで濾過されることで、150 $\mu$ m以上の凝集体を除去した状態で高圧分散できるため、高圧分散機を詰める心配が無い。また高圧分散された後、開口径10 $\mu$ m以下のフィルターで濾過することにより、電極インキ中の15 $\mu$ m以上の凝集体を除去することができるという作用を有する。

【0014】本発明の請求項9に記載の発明は、電極インキを前後に複数の高圧分散部を有する高圧分散機を用

10

20

30

40

50

いていずれも圧力 $10\text{ kg/cm}^2$ 以上で分散し、かつ前方の高圧印加部の圧力に比べ後方の高圧印加部の圧力が半分以下に設定された請求項1記載の電極インキの製造方法であり、後方の圧力を低くすることで一種のバックプレッシャを前方の高圧印加部にかけることができ、こうして、分散の均一化、設備自体の長寿命化が可能になり、高特性の電極インキを安定して製造することができるという作用を有する。

【0015】本発明の請求項10に記載の発明は、有機溶剤もしくは水と、平均粒径が $0.001$ 以上 $3\mu\text{m}$ 以下の卑金属粉末が添加されてなる電極液を、圧力 $10\text{ kg/cm}^2$ 以上で高圧分散した後、所定組成もしくは所定粘度に調整され、インキジェット印刷、グラビア印刷、スクリーン印刷のいずれか一種の印刷で第1のセラミック生シートもしくは樹脂フィルムの上に印刷された後、前記第1のセラミック生シートもしくは第2のセラミック生シートと共に所望枚数が積層され、切断、焼成された後、外部電極を形成するセラミック電子部品の製造方法であり、低粘度で電極インキを高分散した後、所定組成もしくは所定粘度に調整することで、インキジェット印刷、グラビア印刷、スクリーン印刷等の印刷方法に適した電極インキを製造することができ、更にこの電極インキを、第1のセラミック生シートもしくは樹脂フィルムの上に印刷された後、前記第1のセラミック生シートもしくは第2のセラミック生シートと共に、必要枚数が積層され、切断、焼成された後、外部電極を形成することにより、セラミック電子部品を高歩留り、低コストで製造することができるという作用を有する。

【0016】本発明の請求項11に記載の発明は、有機溶剤もしくは水と、平均粒径が $0.001$ 以上 $3\mu\text{m}$ 以下の金属粉末が添加されてなる電極液を、圧力 $10\text{ kg/cm}^2$ 以上で高圧分散した後、所定組成もしくは所定粘度に調整され、インキジェット印刷、グラビア印刷、スクリーン印刷のいずれか一種の印刷でセラミック基板の上に印刷、焼成された後、抵抗体もしくはコンデンサと接続される角チップ抵抗器もしくは抵抗体アレイを形成するセラミック電子部品の製造方法であり、角チップ抵抗器における抵抗体の両端に接続される電極部分に本発明の抵抗体を用いることで、より高精度の印刷が可能であり、製品の高特性化、低コスト化が実現できるとい

【0017】(実施の形態1)図1は、高圧分散機を示し、図1において、1は投入口であり、ここから電極インキを投入する。2は圧力部で、投入された電極インキを油圧ポンプ等を用いて圧力 $10\text{ kg/cm}^2$ 以上(通常は $500\text{ kg/cm}^2$ や、 $1700\text{ kg/cm}^2$ 程度であり、こうしたものは目的とする用途に合わせることができる)の高圧状態にすることができる。ここで電極インキとは、有機溶剤もしくは水の中に金属粉末を分散させたものであり、必要に応じて分散剤、沈殿防止剤等を

添加することもできる。3は混合分散部で、ここでは高圧状態の電極インキを特殊な治具に吹き付けたり、複数個のキャピラリーから高圧で噴出された電極インキ同士をぶつけ合わせたりすることで、分散を行う場所である。

【0018】圧力部において、電極インキは少なくとも $10\text{ kg/cm}^2$ 以上の高圧力に昇圧させられる。この分散時の圧力は、圧力部2(もしくは圧力部2と混合分散部3の間)に圧力計を取り付けることでモニターすることができる。また混合分散部3の内部は、局所的にダイヤモンド製もしくはセラミック製もしくは超硬金属で形成しておくことで、摩耗から守ることができる。こうして $10\text{ kg/cm}^2$ 以上の高圧を印加した電極インキを混合分散部分に導入して、音速を超える速度で液同士の衝突、分散させるものである。こうして高圧分散された電極インキは塗出口4から排出される。

【0019】こうした装置としては、米国ゴーリン社製の圧力式ホモジナイザー等を用いることができる。こうした装置を用いることで電極インキに $300\text{ kg/cm}^2$ 以上(装置仕様によっては $3,000\text{ kg/cm}^2$ 以上)の高圧を印加しながら分散させられる。なお電極インキへの不純物混入を避けながら分散機の長寿命化、分散の安定化をするには、混合分散部分の材質には、ダイヤモンド製もしくはセラミック製もしくは超硬金属製のものを用いることが望ましい。

【0020】金属粉末として、粒径 $0.5\mu\text{m}$ の金属粉末を選び、これを溶剤中にバインダー樹脂と共に混合し、これを電極インキとした。次にこの電極インキを高圧分散した。なお分散時の圧力は混合分散部3に直接圧力計を取り付けることで実測することができる。

【0021】なおこの分散には、図1に示すような高圧分散機を用いた。図1において投入口1より、予備混練の終了した電極インキを投入した。なお電極インキへの不純物混入を避けながら分散機の長寿命化、分散の安定化をするには、混合分散部分の材質には、ダイヤモンド製もしくはセラミック製もしくは超硬金属製のものを用いることが望ましい。なおこうした分散機としては、マイクロフルイダイザー、ナノマイザー等の名称で呼ばれるものもある。

【0022】比較のために従来の電極インキの分散方法として、回転式のホモジナイザー、超音波式ホモジナイザー、及びその他各種ミキサー、ボールミル、サンドミル等を用いて実験したが、こうしたものでは、治具や分散装置からの不純物の混入が観察された。こうした不純物は、信頼性や容量の温度特性を劣化させる原因になるが、高圧分散機によるものではこうした不純物元素の混入は殆ど無かった。

【0023】また高圧分散機の場合、電極インキは高圧下(空気に触れることなく)で液同士をぶつけたり、当

て板に打ち付けたりすることで分散するため、電極インキに各種分散剤を添加した状態で分散しても泡が発生しにくいという利点もあった。

【0024】なお高圧式分散機の圧力は、 $10\text{ kg/cm}^2$ 以上（特に $200\text{ kg/cm}^2$ 以上）が望ましい。 $5\text{ kg/cm}^2$ 以下では圧力が足りず分散効果も不十分であることが多い。分散圧力は $250\text{ kg/cm}^2$ 以上、 $500\text{ kg/cm}^2$ 以下が望ましい。こうした高圧分散を行う場合、電極インキが $50^\circ\text{C}$ から $80^\circ\text{C}$ 程度に自己発熱し、電極インキのロット変動の原因になることがある。そのため電極インキの発熱を最小限に抑える水冷機構を付加することが望ましい。

【0025】また $1000\text{ kg/cm}^2$ 以上の分散が可能な超高压分散機や、 $3000\text{ kg/cm}^2$ 程度の超超高压分散機を用いることもできる。また分散回数は、1回に限る必要は無い。所定の電極インキを複数回、同じ分散機で繰返し処理することにより、電極インキの品質を安定化できる。また分散圧力が脈動する（圧力が規則的に上下する）場合でも、複数回繰返して分散させることで、分散度合いを安定化できる。

【0026】（実施の形態2）実施の形態2では、図2を用いて混合分散部3の構造について、詳しく説明する。図2は、図1の混合分散部の内部を示すものである。電極インキは、5aや5bで示される複数の投入部から矢印に示す方向に沿って高速で流入する。そして6aで示した回収部で互いに合流し、ここで激しく混合、分散、均一化されることになる。

【0027】このように、液同士を混合させることで、金属粉末の変形、フレーク化（鱗片化）砕を防ぎながら、電極インキを高分散化でき、更に不純物の混入を抑えることができる。

【0028】比較のために、従来のボールミル法で作成した電極インキと、実施の形態2で作成した電極インキを用いて、セラミック生シートの上に直接印刷し、これを複数枚数積層し、切断、焼成し、外部電極を形成して積層セラミックコンデンサを作成した。しかし本実施の形態の方が容量値が10%以上高かった。一方、従来のボールミルで作成した電極インキでは、容量値が10%以上低かった。

【0029】そこで、これらのサンプルを樹脂埋めし、断面を走査型電子顕微鏡で観察したところ、発明品では均一な厚みで内部電極が形成されていたが、ボールミルで作成したものは、内部電極の厚みが不均一で、部分的にボイド（孔）が形成されていたり、内部電極が途切れている部分が観察された。このように、本実施の形態で作成した電極インキの方が、同じニッケル量でも、容量が高めにできることが判った。

【0030】なお、金属粉末の平均粒径は $0.001$ 以上 $3\text{ }\mu\text{m}$ 以下が望ましい。 $0.0005\text{ }\mu\text{m}$ 以下の金属粒子は比表面積が大きくなり過ぎ、インキ化しにくく、

自然発火等の危険性がある。また表面が酸化されやすく、金属粒子の安定した保存が難しいため、コスト高になり易い。また $4\sim5\text{ }\mu\text{m}$ 以上の金属粉末を用いた場合、積層セラミックコンデンサの場合、内部電極が厚くなり過ぎるため、実用的ではない。特に積層セラミックコンデンサ用の卑金属内部電極を本実施の形態で作成しようとする場合、粒径は $0.001\text{ }\mu\text{m}$ 以上 $1\text{ }\mu\text{m}$ 以下の範囲内が望ましく、300層以上の高積層化に対応する場合は $0.5\text{ }\mu\text{m}$ 以下が望ましい。

10 【0031】（実施の形態3）実施の形態3では、図3を用いて混合分散部の構造について、詳しく説明する。図3は、図1の混合分散部の内部を示すものである。電極インキは、5cで示される投入部から矢印に示す方向に沿って高速で流入する。そして7で示した衝突面に激しく衝突させられ、ここで混合、分散、均一化されることになる。

20 【0032】このように、液を衝突面7に高圧、高速で衝突させることで、元々の金属粉末中に存在していた金属粉末同士の凝集体であっても、ダメージを最小限にしなが、奇麗に分散、解すことができる。また同時に不純物の混入も抑えることができる。

【0033】比較のために、従来のビーズミルにアルミナビーズ及びジルコニアビーズを用いて、同じ金属粉末（平均粒径 $0.5\text{ }\mu\text{m}$ ）を用いて、金属粉末の分散を行ったが、層間ショートの原因になるような大きなフレークが多数発生した。

【0034】従来品の場合、元素分析を行うと、アルミナビーズを用いたものでは多量のアルミナ元素が検出された。またジルコニアビーズを用いたものでも若干量のジルコニア元素が検出された。一方、本実施の形態の場合、こうした元素は検出されなかった。特に実施の形態3で用いた、衝突面7に、ダイヤモンドを用いたため、例え、ダイヤモンドが不純物として検出されたとしても、元素が炭素であるため、焼成時に揮散することが予想され、各種セラミック電子部品を製造する際には、問題にならない。

【0035】なお電極インキを分散させる場合、予め可塑剤や分散剤を入れた状態で高圧分散することもできる。またこの時の溶剤は有機溶剤、水溶性有機溶剤、水、アルコールあるいはこれらの混合溶剤であってもよい。また電極インキの中に、セラミック粉体の $0.1\sim3$ 重量%程度の樹脂を添加しておくことで、（電極インキの粘度を上げることなく）金属粉末の分散を安定化することができる。こうした樹脂としては、ブチラール樹脂、セルロース樹脂、アクリル樹脂がある。

【0036】（実施の形態4）実施の形態4では、本発明で提案する高圧分散法を用いたスクリーン印刷に適した電極インキの製造方法について説明する。まず、卑金属電極粉としてニッケル粉末（粒径 $0.4\text{ }\mu\text{m}$ ）60重量部と、有機溶剤（エチレングリコールモノブチルエー

テルを使用) 40重量部を混合し、ここに若干の分散剤を添加し、回転架台で一晩攪拌混合し、電極液を作成した。

【0037】次にこの電極液を、開口部100 $\mu$ mのフィルターで濾過し150 $\mu$ m以上の異物を除去した(試しに開口径10 $\mu$ mのメンブランフィルターを用いて加圧濾過してみたが、数滴透明な溶剤が出ただけですぐにフィルターが詰まってしまった。このため、この電極液に20~40 $\mu$ m程度の凝集体がかなり残っていることが予想された)。そして、図1に示す高圧分散機にセットし、分散圧力400kg/cm<sup>2</sup>で、複数回分散した。なお、分散時にはかなり発熱したため、装置を冷却した。こうして分散した電極液を、先ほどと同じ10 $\mu$ mのメンブランフィルターを用いて加圧濾過したところ、圧力損失無く全量を濾過することができた。そのため、更に開口径の小さい5 $\mu$ mのメンブランフィルターを用いて、問題なく全量を濾過することができた。最後に5 $\mu$ mのメンブランフィルターを用いて複数回濾過した。

【0038】次に、この中にポリビニールブチラル樹脂を有機溶剤に溶解し、同じく5 $\mu$ mのメンブランフィルターを用いて加圧濾過した樹脂溶液を添加し、攪拌混合した。こうして粘度を調整し、スクリーン印刷用の電極インキを作成した。なおスクリーン印刷に適した電極インキの粘度としては、粘度10ポイズ以上300ポイズ以下が望ましい。5ポイズ以下の場合、インキが低粘度すぎて、スクリーンメッシュからポトポト滴下、こぼれてしまい高精度の印刷を行うことができない。また、粘度が500ポイズ以上の場合、厚み10 $\mu$ m以下のセラミック生シート上に印刷する場合、スクリーン印刷後にスクリーン版を持ち上げる際、インキの粘着力によりセラミック生シートが破れたり伸びたりする可能性が有る。

【0039】比較のために、ボールミルを用いて同様に電極インキを作成した。樹脂を添加して増粘する前の状態の、電極液のままでボールミル処理し50 $\mu$ mのフィルターで濾過した。次にここに3 $\mu$ m濾過したポリビニールブチラル樹脂溶液を添加し、粘度を調整した。こうして作成したボールミル製の電極インキをスクリーン印刷し、これを走査型電子顕微鏡で観察したところ、多数のフレーク状に変形したニッケル粉末や凝集体が観察された。一方、実施の形態4で高圧分散した電極液及びスクリーン用電極インキを観察したところ、異常は無く、ニッケル粉末は球形のままで変形は見られなかった。

【0040】次にこれらの電極インキを用いて、厚み5 $\mu$ mセラミック生シート上に印刷し、100層を積層し、切断、焼成、外部電極を形成し、積層セラミックコンデンサを作成した。従来のボールミルで作成したものは、ショート率が約60%と歩留りが低かった。一方、

高圧分散で作成した電極インキを用いたものは、ショート率が5%以下と高歩留りを示した。これら試作した積層セラミックコンデンサの断面を、走査型電子顕微鏡で観察したところ、ボールミルで作成した内部電極には多数の凝集体が有り、所々にボイド(孔)や欠陥が観察され、これがショートの主要原因であることが判った。一方、高圧分散したものはこうした凝集体は観察されず、内部電極も均一な厚みであった。

【0041】(実施の形態5) 実施の形態5では、本発明で提案する高圧分散法により、グラビア印刷に適した電極インキの製造方法について説明する。まず、卑金属電極粉としてニッケル粉末(粒子径0.1 $\mu$ m)60重量部と、有機溶剤(トルエンとエタノールの混合)40重量部を混合し、ここに若干の分散剤を添加し、回転架台で一晩攪拌混合し、電極液を作成した。次にこの電極液を、開口部50 $\mu$ mのフィルターで濾過し、凝集物を除去した。そして図1に示す高圧分散機にセットし、分散圧力300kg/cm<sup>2</sup>で複数回高圧分散した。こうして分散した電極液を開口部3 $\mu$ mのメンブランフィルターで数回濾過し、同様に3 $\mu$ mのメンブランフィルターで濾過した樹脂溶液を添加し、攪拌混合し、粘度調整を行った。

【0042】なお、グラビア印刷に適した電極インキの粘度としては、粘度0.1ポイズ以上10ポイズ以下が望ましい。粘度が20ポイズ以上の場合、セラミック生シート上に高速でグラビア印刷する場合、ピッキング

(印刷用語で、紙剥けと呼ばれるもの)が生じ易い。セラミック生シートでピッキングが生じた場合、セラミック生シートに伸びや傷、ピンホール等を発生させる可能性が有る。また粘度0.05ポイズ以下の場合、溶剤成分が多すぎて、インキを自然放置しておくと、金属粉末が沈殿し凝集してしまう恐れが有る。なお発明者らが特開平8-130154号公報等で提案した、積層セラミックコンデンサの製造方法において、実施の形態5のグラビアインキを用いることで更に積層セラミックコンデンサを低コストに製造することができる。

【0043】(実施の形態6) 実施の形態6では、本発明で提案する高圧分散法により、インキジェット印刷に適した電極インキの製造方法について説明する。まず、卑金属電極粉としては銀パラジウム合金粉末(粒子径0.5 $\mu$ m)60重量部と、純水40重量部を混合し、ここに若干の分散剤を添加し、回転架台で攪拌した後、高圧分散機にセットし、分散圧力1000kg/cm<sup>2</sup>で複数回高圧分散した。こうして分散した電極液を開口部5 $\mu$ mのメンブランフィルターで複数回濾過し、同様に1 $\mu$ mのメンブランフィルターで濾過した樹脂溶液を少量加え、粘度0.01ポイズ以上10ポイズ以下になるようにした。こうして作成したインキジェット用電極インキを市販のインキジェットプリンターのインキカートリッジに入れた。

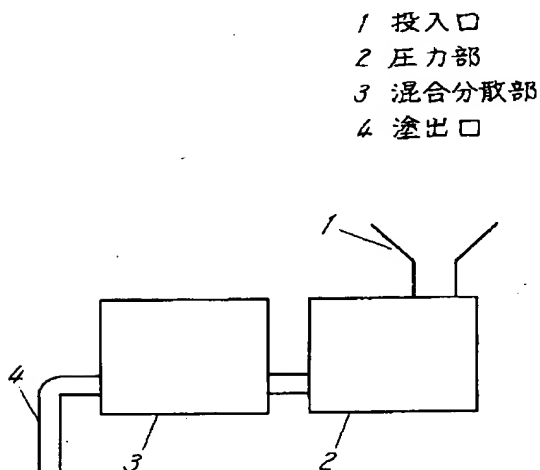


【0044】次にこのプリンターをパソコンに接続し、内蔵ソフトで積層セラミックコンデンサの内部電極パターンを印字した。またプリンターには、紙の代わりに、セラミック生シートをセットした。こうして、セラミック生シートの上に、多数の積層セラミックコンデンサの内部電極パターンを印刷することが出来た。こうしてインキジェットで電極インキの印字されたセラミック生シートを300枚積層し、切断、焼成した後、外部電極を形成し、積層セラミックコンデンサを形成することができた。このように、内部電極等の印刷にインキジェットを用いることにより、パソコンからのデータでオンデマンド（必要な時に必要なだけ瞬時に）で、所定の電極パターンを得ることができる。こうして短期間に各種セラミック電子部品を製造することが出来る。

【0045】なお、図1に示す高压分散機において、混合分散部3を複数個にすることもできる。こうすることで、塗出口4からの液の塗出時の脈流を防止でき、均一な圧力での均一分散を行える。またこのとき、前方の（投入口1に近い方の）圧力印加部分に比べ、後方の（塗出口4に近い方）圧力印加部分の設定圧力を下目に

【0046】なお、積層セラミック電子部品としては、コンデンサ以外に、角チップ抵抗器や各種ノイズフィルターが有る。例えば本発明では提案する電極インキを、発明者らが特開平7-211507号公報や特開平8-102401号公報、特開平8-102402号公報、特開平8-102403号公報等で提案した角チップ抵抗器の抵抗体に接続される複数の電極の形成に用いるこ

【図1】



とができる。

【0047】なお、本発明において、金属材料としては、タングステン、銅、ニッケル、アルミ、パラジウム、白金等を単体粉もしくは合金粉として用いることができる。また本電極インキは300℃以上で焼成することが望ましい。200℃～300℃程度で焼成するには0.001μm未満の超微粉末を用いることで可能であるが抵抗値が高くなってしまう。また1600℃以上の高温に耐えるセラミック材料は限定され、コスト高になる。

【0048】

【発明の効果】以上のように本発明によれば、電極インキを高圧分散することで、金属粉末の変形を抑えながら、高分散でき、積層セラミック電子部品の内部電極を一段と薄層、均一化でき、セラミック電子部品の低コスト化、高性能化にも対応できる。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明の実施の形態1による高压分散機 の概念図

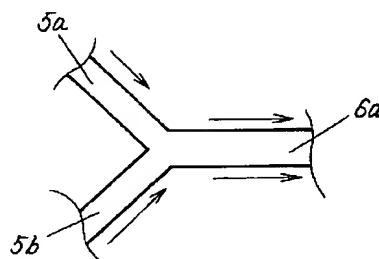
【図2】本発明の実施の形態2による分散部分の概念図

【図3】本発明の実施の形態3による分散部分の概念図

【符号の説明】

- 1 投入口
- 2 圧力部
- 3 混合分散部
- 4 塗出口
- 5a, 5b, 5c 投入部
- 6a, 6b, 6c 回収部
- 7 衝突面

【図2】



【図3】

